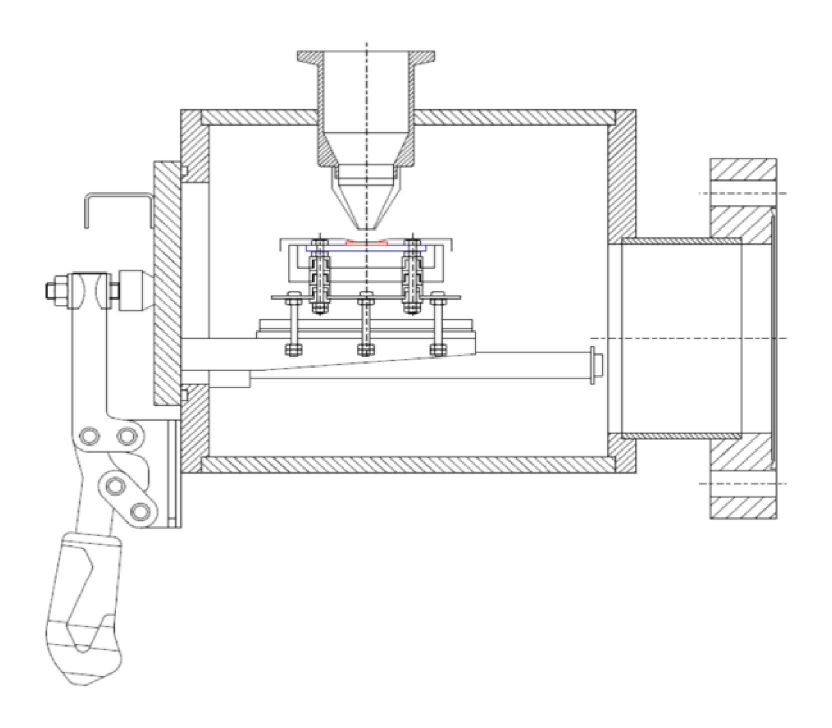


BEDIENUNGSANLEITUNG

MGT

Multigas-Analyse mit Thermischer Desorption



Bitte lesen Sie diese Anleitung vor Inbetriebnahme des Gerätes sorgfältig durch und bewahren Sie sie sicher auf.

Hositad Holland B.V.
De Wel 44
NL-3871 MV Hoevelaken

Tel: (+31) 33 2537210
Fax : (+31) 33 2535274
Email: info@hositrad.com

Hositad Deutschland
Lindnergasse 2
D-93047 Regensburg

Tel: (+49) 941 55827
Fax : (+49) 941 562296
Email: info@hositrad.com



Inhalt



1. Sicherheitshinweise

1.1 Allgemeine Hinweise

Diese Betriebsanleitung ermöglicht es, das Messgerät und seine Einsatzmöglichkeiten vor dem ersten Betrieb kennenzulernen und bestimmungsgemäß zu nutzen. Sie enthält wichtige Hinweise, die eine funktionsgerechte und sichere Bedienung gewährleisten und muss ständig am Einsatzort des Geräts verfügbar sein. Die Betriebsanleitung ist nicht nur ein unentbehrlicher Einstieg für neu einzulernende Bediener, sondern enthält auch nützliche Tipps, Hinweise und Anregungen für den erfahrenen Nutzer. Durch das Lesen der Betriebsanleitung werden:

- **Gefahren vermieden**
- **Arbeitsabläufe optimiert und beschleunigt**
- **Reparaturkosten und Stillstandszeiten minimiert**
- **Zuverlässigkeit und Lebensdauer erhöht**

Die Betriebsanleitung sollte insbesondere auch im Hinblick auf Transport und Aufstellung sowie Gewährleistungsfragen gründlich gelesen werden. Es werden wichtige Sicherheits- und Gefahrenhinweise gegeben. Während des Betriebes ist es zum Nachlesen leider zu spät. Beachten Sie darüber hinaus den Grundsatz:

Umsichtiges und vorsichtiges Arbeiten ist der beste Schutz vor Geräteschäden!

Die Arbeitsqualität des Messgeräts ist entscheidend abhängig von Wartung und Pflege. Regelmäßige Wartungs- und Pflegearbeiten sind hierin beschrieben. Bei notwendigen Reparaturen unterstützen wir Sie gerne und versorgen Sie mit den Original- Ersatzteilen. Es wird empfohlen, stets einen bestimmten Umfang an Verschleißteilen vorrätig zu halten.

Beachten Sie bitte auch unbedingt den Anhang dieser Betriebsanleitung.



1.2 Abkürzungen und Symbole

⚠	**GEFAHRENSTELLE!** Dieses Zeichen bedeutet **Warnung vor einer Gefahrenstelle!** Es steht bei allen Sicherheitshinweisen, bei denen **Gefahr für Leib und Leben des Bedieners oder seiner Mitmenschen** besteht. Beachten Sie unbedingt diese Hinweise und verhalten Sie sich in diesen Fällen besonders vorsichtig. Geben Sie alle Sicherheitshinweise auch an andere Benutzer weiter
△	**ACHTUNG!** Dieses Zeichen steht für Hinweise, bei deren Nichtbeachtung **Gefahr für das Messgerät** besteht.
⚡	**ACHTUNG ELEKTRISCHE SPANNUNG!** Dieses Zeichen warnt vor **elektrischer Spannung.** Es steht bei allen Arbeits- und Betriebsverfahren, die genau einzuhalten sind, um einer **Gefährdung von Personen und des Geräts** durch elektrische Spannung vorzubeugen.
☞	**HINWEIS!** Dieses Zeichen steht für Hinweise, die eine effektivere und wirtschaftlichere Nutzung des Geräts ermöglichen.

1.3 Gewährleistung

☞	Gewährleistungsansprüche können nur dann geltend gemacht werden, wenn die Gewährleistungsbedingungen beachtet werden. Diese sind in den Allgemeinen Geschäftsbedingungen enthalten.
☞	Für Schäden, die durch unsachgemäße Behandlung des Messgeräts oder durch Missachtung der Betriebsvorschriften entstanden sind, übernimmt die Firma Hositrad GmbH keine Haftung. Unsere Haftung erstreckt sich auf Schäden, die trotz normaler Benutzung nach der Betriebsvorschrift entstanden sind.
☞	Tritt innerhalb der Gewährleistungsfrist ein Geräteschaden ein, dessen Ursache zweifelhaft ist und für den ggf. Ansprüche geltend gemacht werden sollen, ist sofort unser Kundendienst zu benachrichtigen und unsere weiteren Instruktionen abzuwarten. Bis zur Klärung der Schadensursache und ausdrücklichen Freigabe durch uns ist die Anlage in dem Zustand zu belassen, in welchen sie durch den Schaden versetzt worden ist.
☞	Bei Personenschäden ist außerdem die zuständige Berufsgenossenschaft in Kenntnis zu setzen.



☞	Das Öffnen des Geräts ist unzulässig. In diesem Fall erlischt die Garantie.

1.4 Urheberrecht

Das Urheberrecht an dieser Bedienungsanleitung sowie dem gesamten Messsystem verbleibt ausschließlich bei der Firma Hositrad GmbH. Diese Bedienungsanleitung ist für das Bedienungspersonal bestimmt. Die enthaltenen Vorschriften und Zeichnungen technischer Art dürfen weder vollständig noch teilweise vervielfältigt, verbreitet oder zu Zwecken des Wettbewerbs unbefugt verwertet oder anderen mitgeteilt werden.

1.5 Sicherheitshinweise

Lesen Sie vor der ersten Inbetriebnahme diese Betriebsanleitung vollständig und machen Sie sich mit allen Funktionen des Messgeräts vertraut!

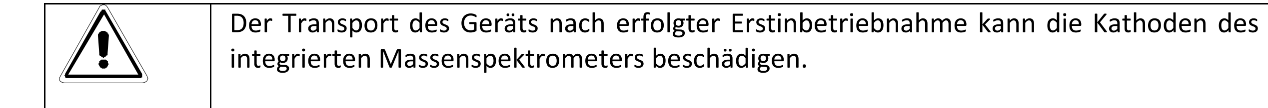
Sie dürfen erst dann am Messgerät arbeiten, wenn Sie die gesamte Betriebsanleitung gelesen und verstanden haben. Scheuen sie sich nicht, bei offenen Fragen Ihren Vorgesetzten, Ihren Betriebsverantwortlichen oder die Herstellerfirma Hositrad GmbH anzusprechen.

1.5.1 Allgemeine Verhaltensmaßnahmen und Sicherheitshinweise

⚠	**Jede sicherheitsbedenkliche Arbeitsweise unterlassen!**
⚠	Das Messgerät ist nach dem aktuellen Stand der Technik gebaut. Es ist entwickelt und konstruiert worden unter strikter Beachtung der maßgeblichen Unfallverhütungsvorschriften, allgemein anerkannter sicherheitstechnischer Regeln und der gültigen Arbeitsschutzvorschriften. Dennoch können bei nicht bestimmungsgemäßer Nutzung des Geräts Gefahren für Leib und Leben des Benutzers oder Dritter bzw. Beeinträchtigungen am Gerät oder an anderen Sachwerten entstehen.
⚠	Das Messgerät darf nur in technisch einwandfreiem Zustand sowie bestimmungsgemäß, sicherheits- und gefahrenbewusst unter Beachtung der Betriebsanleitung eingesetzt werden. Insbesondere Störungen, welche die Sicherheit beeinträchtigen können, umgehend beseitigen oder ggf. beseitigen lassen.
⚠	Beim Betrieb des Messgeräts sind die Sicherheitsvorschriften unbedingt einzuhalten, zulässige Belastungswerte des Geräts (siehe Technische Daten) dürfen nicht überschritten werden.

	Schutz- und Sicherheitseinrichtungen (Abdeckungen, etc.) dürfen während des Betriebs des Geräts nicht entfernt werden.
	Die Betriebsanleitung muss stets am Aufstellort des Messgeräts verfügbar sein. Eine unvollständige oder unleserliche Betriebsanleitung ist umgehend zu ersetzen. Die Herstellerfirma Hositrad GmbH ist Ihnen hierbei gerne behilflich.
	Ergänzend zur Betriebsanleitung sind gesetzliche, allgemeingültige und sonstige verbindliche Richtlinien zur Unfallverhütung und zum Umweltschutz zu beachten.
	Das mit Tätigkeiten am Messegerät beauftragte Personal muss vor Arbeitsbeginn die Betriebsanleitung gelesen und verstanden haben. Dies gilt insbesondere für nur gelegentlich an dem Messgerät eingesetztes Personal.
	Durch Kontrollen muss der Betriebsverantwortliche das sicherheits- und gefahrenbewusste Arbeiten des Bedienungs- und Wartungspersonals unter Beachtung der Hinweise der Betriebsanleitung überprüfen.
	Der Betriebsverantwortliche ist verpflichtet, das Messgerät immer nur in einwandfreiem Zustand zu betreiben.
	Eigenmächtige konstruktive Veränderungen und die Veränderung von Parametern über die Anweisung der Betriebsanleitung hinaus sind aus sicherheitstechnischen Gründen nicht erlaubt und führe unmissverständlich zu jedweden Haftungsverlust seitens des Herstellers.

1.5.2 Sicherheitshinweise für den Transport



	Der Transport des Geräts nach erfolgter Erstinbetriebnahme kann die Kathoden des integrierten Massenspektrometers beschädigen.



1.5.3 Sicherheitshinweise zum Betrieb

⚠	**Jede sicherheitsbedenkliche Arbeitsweise ist zu unterlassen !**
⚠	Vor Arbeitsbeginn muss der Benutzer sich mit der Arbeitsumgebung des Messgeräts vertraut machen.
⚠	Mindestens einmal pro Arbeitstag/Schicht muss das Messgerät auf äußerlich erkennbare Schäden und Mängel geprüft werden. Eingetretene Veränderungen oder Beschädigungen sind sofort der zuständigen Person bzw. Stelle zu melden.
⚠	Bei Funktionsstörungen die Einheit sofort still setzen und gegen Wiederinbetriebnahme, auch durch Dritte, sichern. Funktionsstörung sofort dem Betriebsverantwortlichen melden und umgehend beseitigen oder ggf. beseitigen lassen.
⚠	Ein- und Ausschaltvorgänge nur gemäß der Betriebsanleitung durchführen.
⚠	Jedes Eindringen von Wasser, Staub oder anderen Fremdstoffen in das Vakuumsystem muss unbedingt vermieden werden.

1.5.4 Sicherheitshinweise für Wartung und Pflege

⚠	**Jede sicherheitsbedenkliche Arbeitsweise unterlassen!**
⚠	In der Betriebsanleitung vorgeschriebene Einstell-, Wartungs- und Inspektionsarbeiten und –Termine einschließlich den Angaben zum Austausch von Bauteilen unbedingt einhalten.
⚠	Alle diese Tätigkeiten nur von ausgebildetem Fachpersonal durchführen lassen.

1.5.5 Sicherheitshinweise bei elektrischen Arbeiten

	Bei Arbeiten an der elektrischen Ausrüstung des Messgeräts besteht Gefahr durch elektrische Spannung, deshalb: • **Arbeiten an der elektrischen Ausrüstung dürfen nur von entsprechend ausgebildetem Fachpersonal den Regeln entsprechend durchgeführt werden!** • **Bei Störungen an der elektrischen Ausrüstung des Geräts ist diese sofort abzuschalten und die Störung zu beseitigen.**



1.5.6 Sicherheitshinweise bei Notfällen

	Treten im Betrieb Situationen ein, die zu einer Gefährdung des Bedieners, Dritter oder des Messgeräts führen können, ist das Messgerät sofort über den Schalter auf der Gehäuserückseite zu stoppen.
	Ist sich der Bediener über den Zustand des Geräts unklar, ist diese sofort über den Schalter auf der Gehäuserückseite zu stoppen.
	Im Brandfall zuerst, sofern dies noch möglich ist, die Stromversorgung unterbrechen. Den Brand am Gerät mit einem geeigneten Löschmittel löschen.

1.5.7 Sicherheitshinweise für den Arbeitsplatz und das Bedienpersonal

	Das Bedienpersonal muss am Messgerät eingewiesen sein. Einstell-, Wartungs- und Pflegearbeiten dürfen nur von ausgebildetem Fachpersonal durchgeführt werden.

1.5.8 Allgemeine Risiko- und Gefahrenquellen des Messgeräts

	Das Messgerät ist nach dem neuesten Stand der Sicherheitstechnik konzipiert und gebaut. Durch Schutzeinrichtungen wird der Benutzer, soweit dies die Funktion des Geräts erlaubt, vor potentiellen Gefahrenstellen geschützt. **Ein Restrisiko bleibt aber immer bestehen!**



1.6 *Kenntniserklärung*

ERKLÄRUNG:

Hiermit bestätige ich, die folgende Betriebsanleitung vollständig gelesen und verstanden zu haben

Nr.	Datum	Name, Vorname, Abteilung	Unterschrift



1.7 Inbetriebnahme

Bitte nehmen Sie das Gerät in der folgenden Reihenfolge in den Erst-Betrieb:

1. Stellen Sie sicher, dass die in 1.5 beschriebenen Betriebsbedingungen vorliegen.
2. Stellen Sie die Netzversorgung des Geräts und der PCs her und verbinden Sie beide Geräte mit dem USB-Kabel.
3. Schalten Sie das Gerät am Schalter auf der Vorderseite ein.
4. Schalten Sie den PC ein.
5. Loggen Sie sich mit dem auf dem PC befindlichen Login ein; das Gerät startet die Betriebssoftware automatisch.
6. Ändern Sie das Passwort entsprechend Ihren Richtlinien.
7. Starten Sie das Gerät mit dem Button AN.
8. Nach erfolgreichem Erreichen des betriebsbereiten Zustands evakuieren Sie die Prüfkammer mit dem Button Kammer Pumpen.
9. Lassen Sie das Gerät in diesem Zustand 7 bis 10 Tage pumpen, um die idealen Vakuumbedingungen herzustellen.



2. Grundlagen

2.1 Verwendung

Der Multigasanalysator mit Thermischer Desorption (MGT) dient zur Analyse der chemischen Zusammensetzung von Gasen, die bei dem Erwärmen oder Heizen von Proben emittiert werden. Die Proben werden entsprechend der Vorgaben durch den Bediener erhitzt und gleichzeitig werden die emittierten Gase gemessen. Der MGT arbeitet im Massebereich von Masse 1 u bis 300 u, die max. erreichbare Probentemperatur beträgt 1.500 °C. Das Herzstück des Analysators ist ein Quadrupole-Massenspektrometer. Die zu untersuchenden Massen, die Heizrampen und Wartezeiten können frei gewählt werden. Alle gemessenen Spektren können gedruckt und gespeichert werden. Software-Updates können per Tastendruck durchgeführt werden. Sofern das Gerät per Ethernet mit dem Netzwerk verbunden ist, können diese Updates durch den MGT selbstständig per Netz erfolgen. Ansonsten können Updates vom Server geladen und per USB-Stick auf das Gerät übertragen werden.

2.2 Gerätedaten

Spannung:	1 x 240 AC	
Leistungsaufnahmen:	Standby:	150 W
	Startup:	400 W
	Betriebsbereit:	250 W
	Messung:	max. 2.000 W
Steuerspannung:	24 V DC	
Gewicht:	35 kg	

2.3 Abmessungen

600 mm × 600 mm × 580 mm (Breite × Tiefe × Höhe)

2.4 Umgebungsbedingungen

Um einen ordnungsgemäßen Betrieb zu gewährleisten, muss eine Luftfeuchte von 30-80% und ein Temperaturbereich von 15-30°C während des Einsatzes der Anlage eingehalten werden. Optimale Ergebnisse werden bei ca. 40% Luftfeuchte und 22°C Umgebungstemperatur zu erreichen sein.

Um eine optimale Funktion des Messgeräts zu gewährleisten, empfehlen wir eine Vorlaufphase von mindestens 2 h.

Das Messgerät ist aber bei dringendem Bedarf innerhalb von weniger als 10 min. messfertig. Die erzielten Ergebnisse sind jedoch durch den dann noch vorhandenen hohen Restgas-Unterdruck im Vakuumsystem quantitativ nicht belastbar.

Eine Kalibrierung des Messgeräts ist nicht notwendig.

Weiter ist auf den Verschmutzungsgrad des Messgeräts (Öle, Partikel, Staub), im speziellen im Bereich des Eingangsstutzens zu achten, da Verschmutzung zu erhöhtem Untergrund und somit zu ungenauerer Messung führen und das Gerät beschädigen können. Bitte gehen Sie diesbezüglich laut Wartungsanleitung vor.

Halten Sie die Prüfkammer des Geräts verschlossen, während

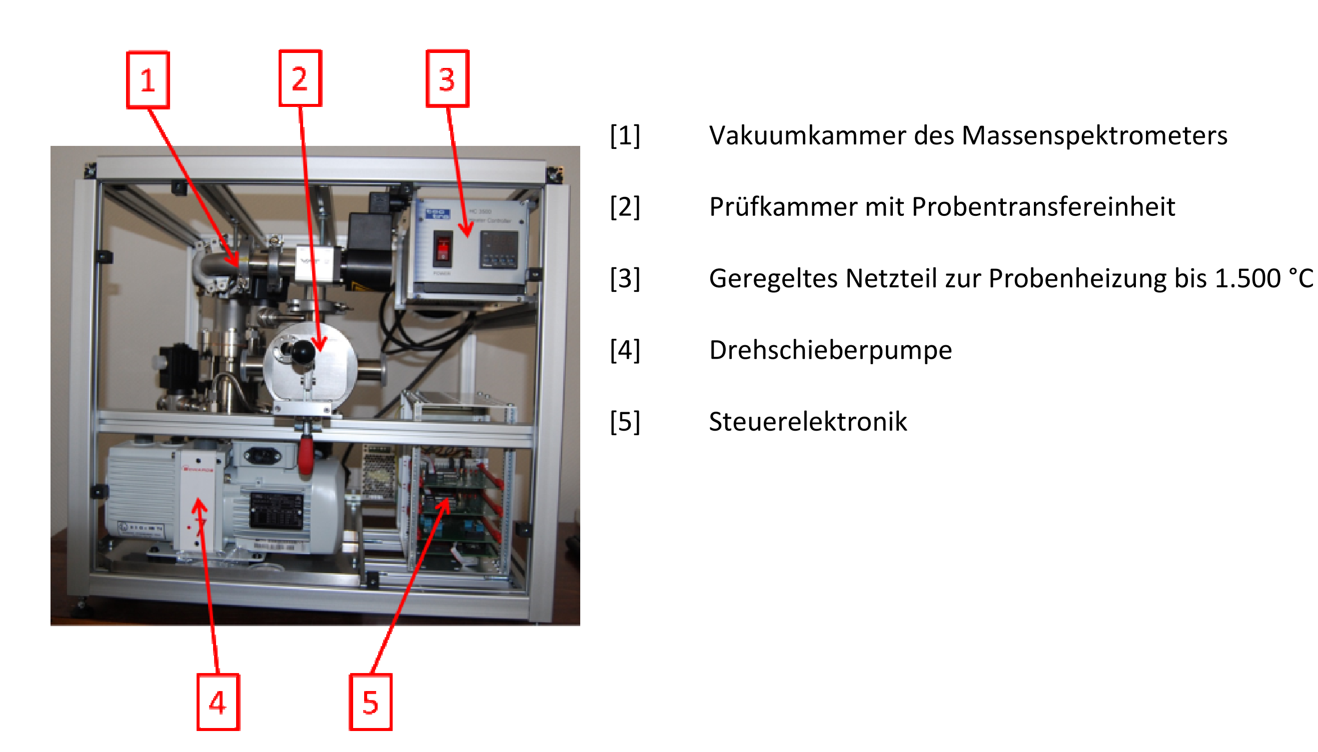
- der Lagerung des Geräts
- der Inbetriebnahme
- dem Hochfahren des Geräts
- dem Herunterfahren des Geräts

Es wird empfohlen, die Prüfkammer bei Nichtnutzung unter Vakuum zu halten. Dies wird von der Software ermöglicht.

2.5 Gerätekomponenten

Das Gerät beinhaltet verschiedene Komponenten, die hier beschrieben werden. Zur besseren Übersicht zeigen die Darstellungen das noch nicht verkabelte und nicht vollständig bestückte Gerät.

2.5.1 Frontansicht



[1] Vakuumkammer des Massenspektrometers

[2] Prüfkammer mit Probentransfereinheit

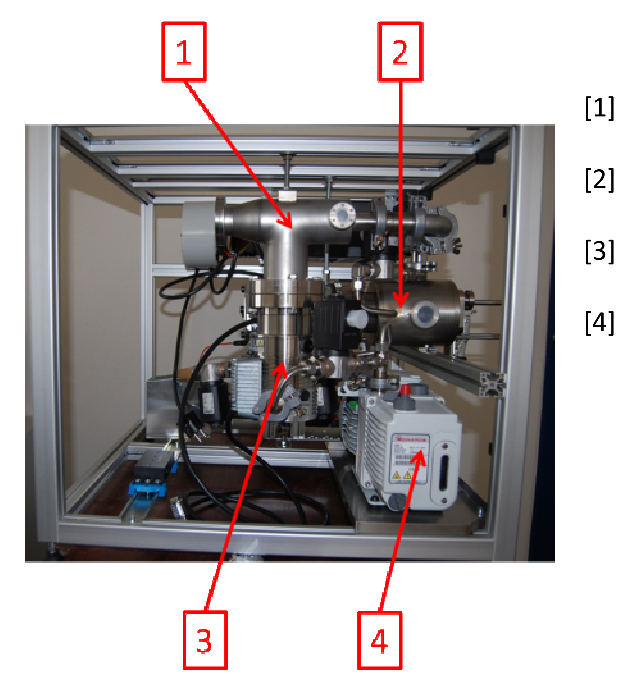
[3] Geregeltes Netzteil zur Probenheizung bis 1.500 °C

[4] Drehschieberpumpe

[5] Steuerelektronik

Die manuelle Beladung der Prüfkammer mit der Probe findet von der Vorderseite aus statt.

2.5.2 *Seitenansicht - links*



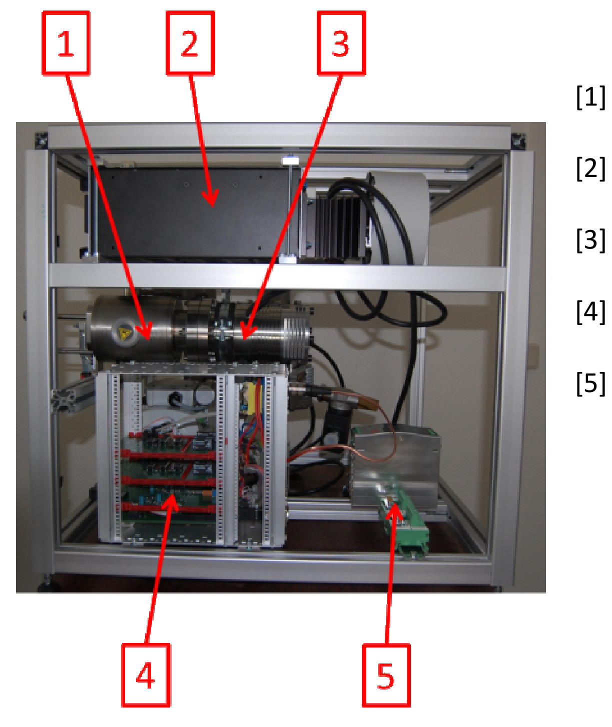
[1] Vakuumkammer des Massenspektrometers

[2] Prüfkammer mit Probentransfereinheit

[3] Turbomolekularpumpe des Massenspektrometers

[4] Drehschieberpumpe

2.5.3 *Seitenansicht - rechts*



[1] Vakuumkammer der Prüfkammer

[2] Geregeltes Netzteil zur Probenheizung bis 1.500 °C

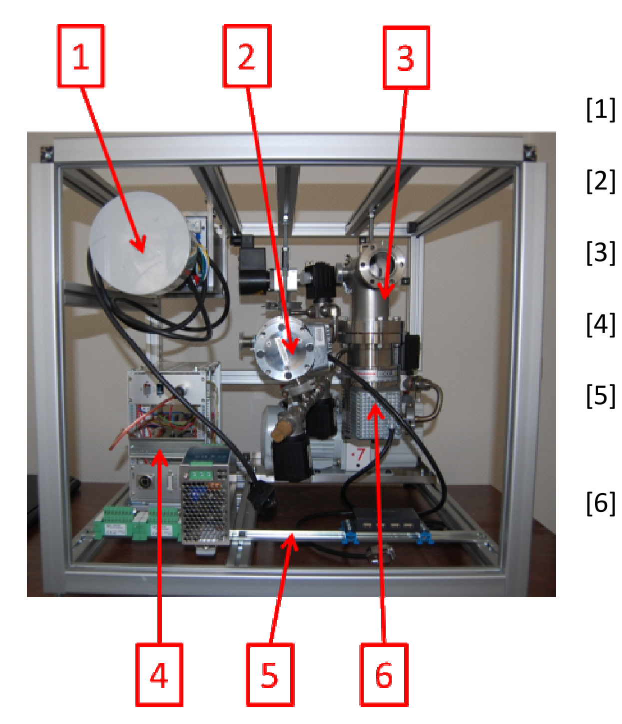
[3] Turbomolekularpumpe der Prüfkammer

[4] Steuerelektronik

[5] Anschlussleiste für Niederspannung und Versorgungsspannung



2.5.4 *Rückansicht*



[1] Geregeltes Netzteil zur Probenheizung bis 1.500 °C

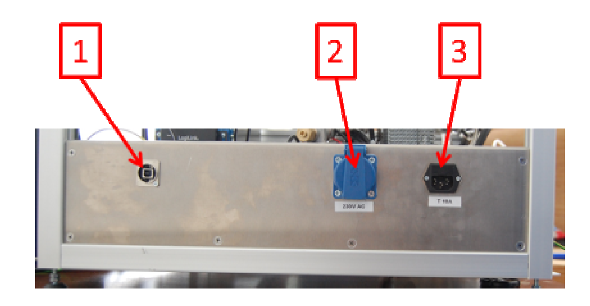
[2] Turbomolekularpumpe der Prüfkammer

[3] Vakuumkammer des Massenspektrometers

[4] Steuerelektronik

[5] Anschlussleiste für Niederspannung und Versorgungsspannung

[6] Turbomolekularpumpe des Massenspektrometers



[1] USB-Anschluss für den Steuer-PC

[2] 230V-Versorgung für den Steuer-PC

[3] Netzversorgung des Geräts (230 V AC, T10A)

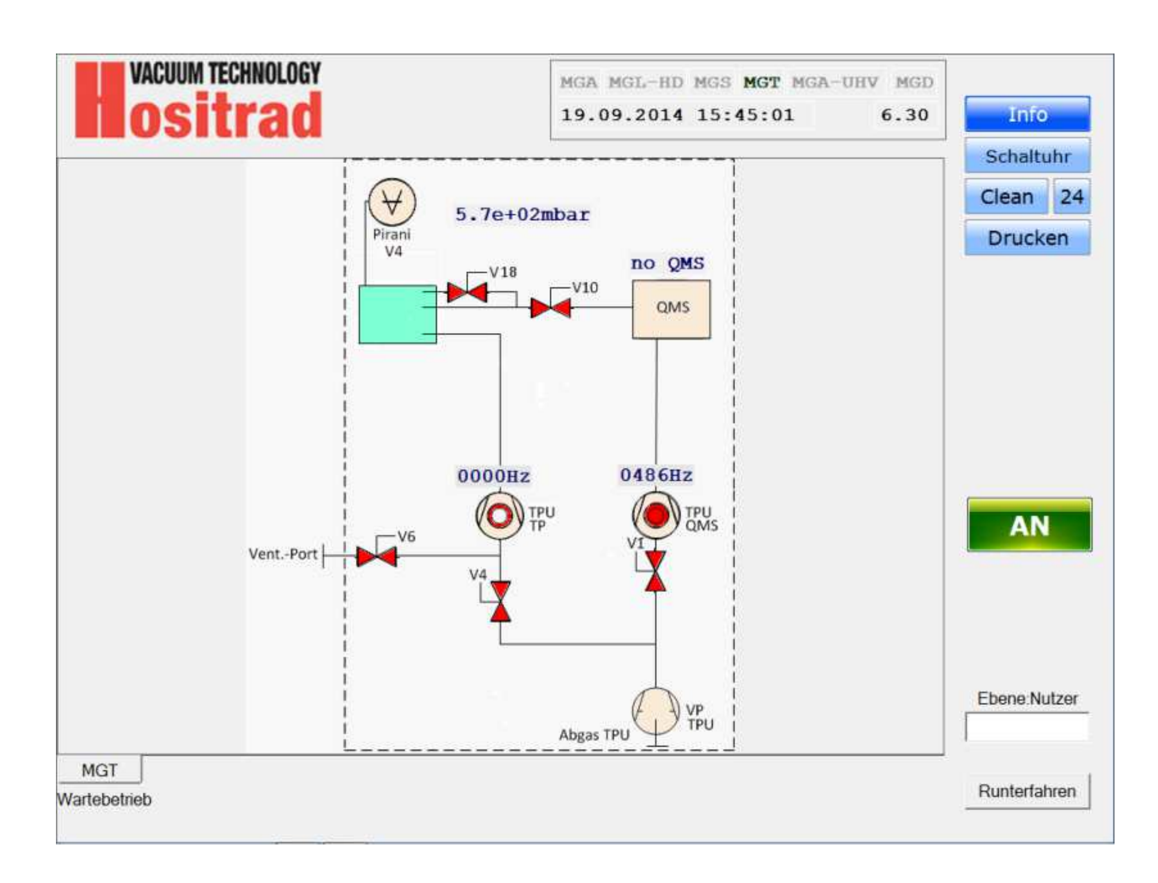


3. Bedienung

3.1 *Touchpanel*

3.1.1 Standby Screen

Das Touchpanel erlaubt alle Bedienungen des Messgeräts per Mausklick. Es werden jeweils immer nur die Tasten angezeigt, deren Funktion im jeweiligen Betriebszustand möglich ist. So ist ein Update beispielsweise nur im Standby-Zustand möglich, in dem die Pumpen nicht gestartet sind.



Der hier angezeigte Standby-Zustand („Wartebetrieb“) wird nach dem Einschalten des Geräts automatisch erreicht. Weder die Pumpen und noch die Funktionseinheiten sind gestartet. In der Mitte des Displays sind

- das Ventilschema,
- das Quadrupole-Massenspektrometer (QMS),
- die Prüfkammer mit dem jeweils aktuellen Druck,
- die Turbomolekularpumpe (TPU-QMS) des QMS,
- die Turbomolekularpumpe der Prüfkammer (TPU-TP) und
- die Drehschieberpumpe (VP-TPU)

dargestellt. Während der Start-Phase (siehe 3.1.2) und der späteren Stop-Phase beim Herunterfahren des Systems, werden die jeweiligen Drücke, Drehzahlen und Ventilstellungen dargestellt. Dies dient zur Kontrolle der Systemkomponenten durch den Benutzer.



Die rechts befindlichen Tasten haben die folgenden Bedeutungen:

Info:

Aktuelle Informationen über den Betriebszustand des Geräts.

Schaltuhr:



Mit Hilfe des Timers kann der Start des Geräts vorprogrammiert werden. Dazu können entweder die Uhrzeit des Starts innerhalb der nächsten 24 h oder ein Zeitraum angegeben werden. Nach Erreichen der so festgelegten Zeit startet das System automatisch und erreicht nach ca. 150 s seinen betriebsbereiten Zustand. Die Verwendung dieser Funktion ist sinnvoll, weil das Gerät vor Beginn der Messungen im Idealfall 2h in Betrieb sein sollte.

Clean:

Mit dieser Taste wird eine selbstständige automatisierte Reinigungsprozedur der Prüfkammer ausgelöst. Dies dient zur Beseitigung von möglichen Resten der eingesetzten Gase aus vorangegangenen Messungen. Das System informiert während des Vorgangs über den jeweils aktuellen Zustand und die Restlaufzeit. Die Laufzeit beträgt ca. 12 h. Hinweise auf die Notwendigkeit der Reinigung sind z.B. hohe Wasseranteile (Massen 16-18) im Massenspektrum oder zu hohe Drücke in der Prüfkammer. Alle vom Benutzer durchzuführenden Tätigkeiten werden vom System angezeigt.

Öffnen Sie die belüftete Prüfkammer, entnehmen Sie Probe und Probenhalter und schließen Sie die Prüfkammer wieder.

Drucken:

Die aktuelle Messung wird auf einem Drucker ausgegeben. Die Auswahl des Druckers und dessen Parameter erfolgt menügesteuert.

AN:

Mit dieser Taste wird das Gerät gestartet, die Pumpen werden in Betrieb genommen und der betriebsbereite Zustand wird hergestellt. Die Details werden im nächsten Abschnitt in 3.12 beschrieben.

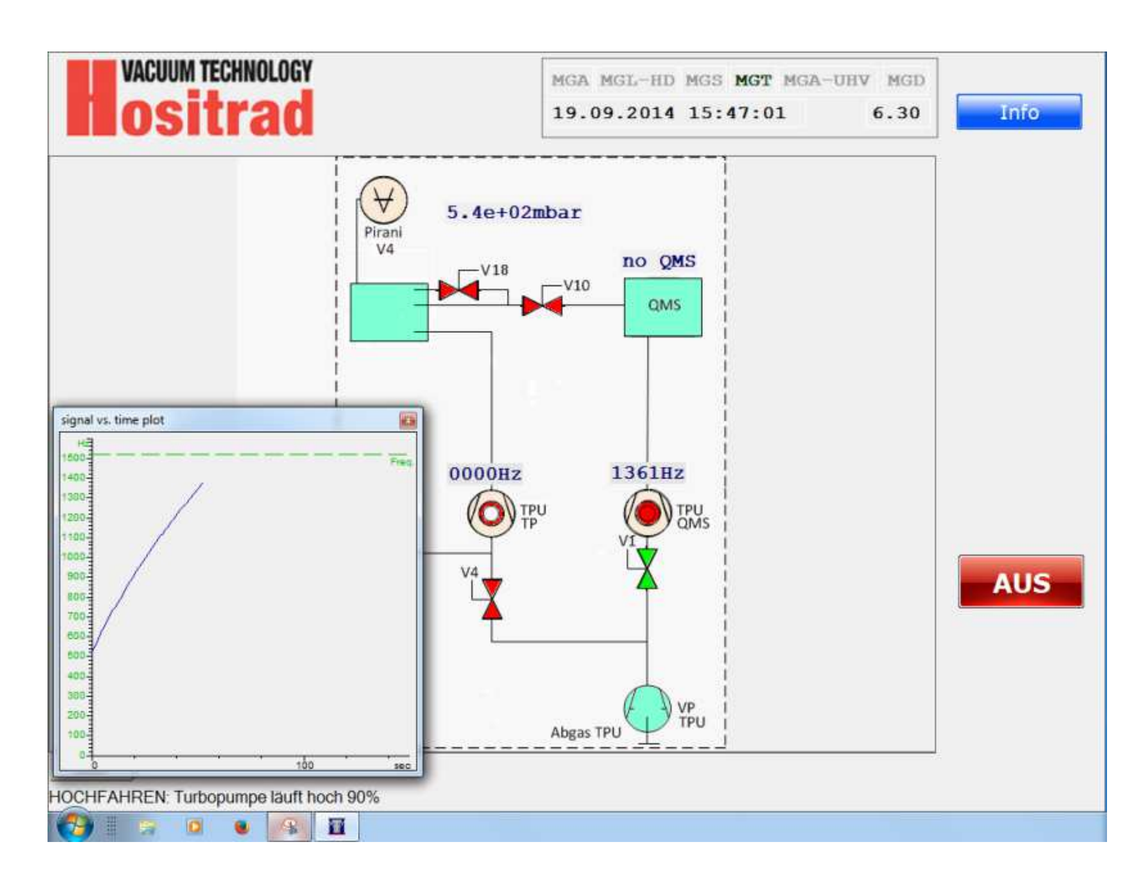
Runterfahren:

Mit dieser Taste wird das System inklusive aller Ventile, der Pumpen und des Steuercomputers herunter-gefahren. Bitte schalten Sie das Gerät am vorderseitigen Schalter nur dann aus, wenn der Shutdown erfolgreich durchgeführt wurde. Zu erkennen ist dies am Monitor des PCs, der dann schwarz wird. Diese Funktion steht nur im Standby-Zustand zur Verfügung.



3.1.2 Startup Screen

Nach Betätigung der Taste **AN** startet das System automatisch alle seine Komponenten und erreicht nach max. 150 s den messfertigen Zustand, der als "betriebsbereiter Zustand" bezeichnet wird. Obwohl das Gerät nach 150 s schon messfertig ist, empfehlen wir für quantitative Messungen dringend, das Gerät mind. 2 h vor Beginn der Messungen in diesen Zustand zu versetzen. Das kann auch mittels der beschriebenen Schaltuhr-Funktion erfolgen.

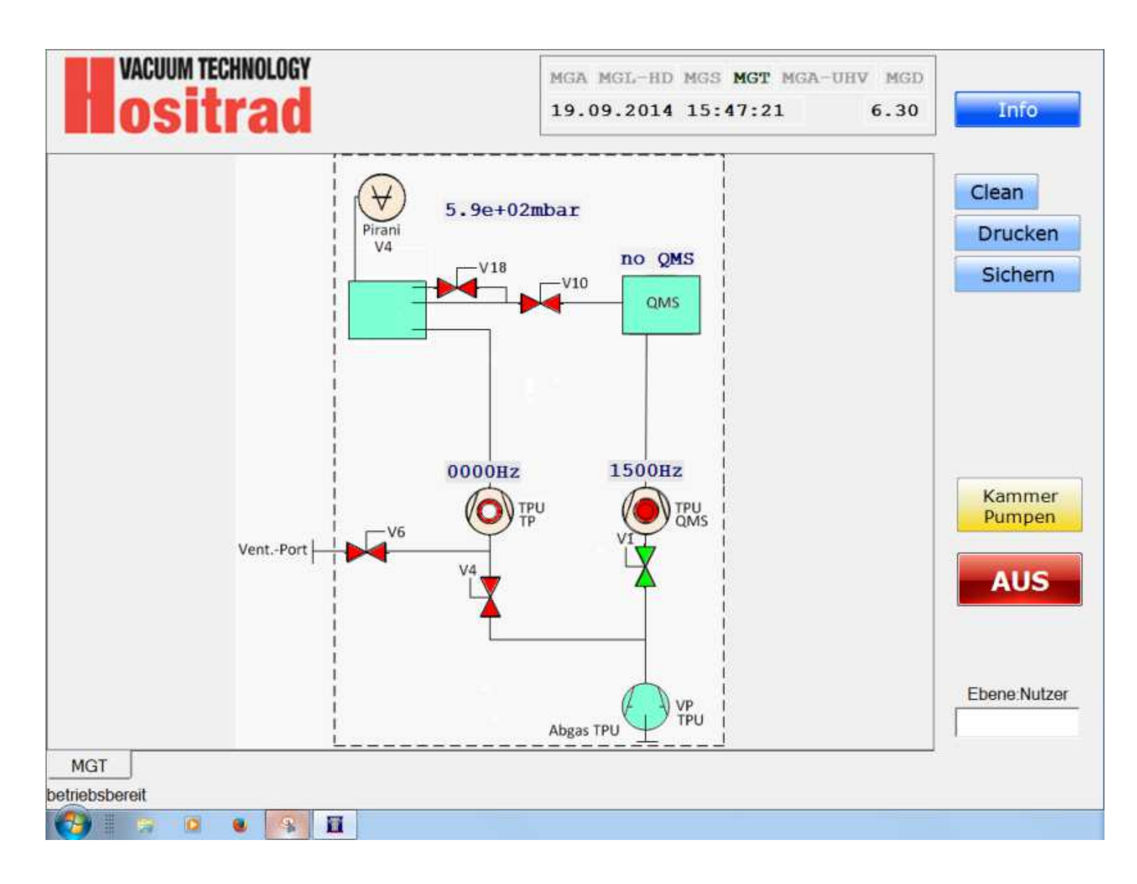


Auf dem Display kann man anhand der farblichen Markierungen den jeweiligen Schaltzustand der Ventile verfolgen. Hierbei ist ein rot markiertes Ventil geschlossen und ein grün markiertes Ventil ist geöffnet. Die grüne Hinterlegung der Komponenten (QMS, VP-TPU) bedeutet, dass sie gestartet sind. Das gleiche gilt für die aktuelle Drehzahl der Turbopumpe. Während der Startphase erscheint das im Display unten links zu sehende Fenster, das im Diagramm die aktuelle Drehzahl der Turbomolekularpumpe gegen die abgelaufene Zeit darstellt. Auch zu sehen ist der Sollwert, bei dem die Pumpe 100% erreicht.



3.1.3 Screen Betriebsbereiter Zustand (Messbetrieb)

Nach erfolgreichem Hochfahren der Pumpen und aller Komponenten ist das Gerät innerhalb von weniger als 150 s messbereit. Wir empfehlen, das Gerät vor Beginn jeder quantitativen Messung mindestens 2 h in diesem Zustand zu belassen, damit ein akzeptabler Druck erreicht werden kann und sich alle Komponenten im thermischen Gleichgewicht befinden. Schnelle Messungen, bei denen die Zusammensetzung des Prüfgases schnell und qualitativ geprüft werden sollen, können allerdings in diesem Zustand bereits durchgeführt werden.



Nach erfolgreichem Start zeigt das Gerät diesen Bildschirminhalt (das zu sehende QMS-Spektrum ist nur beispielhaft, dieser Teil des Bildschirminhalts hängt von den voran gegangenen Messungen ab). Links werden die Drücke des Testports (Pirani Pressure) und des Massenspektrometers (QMS Total Pressure) angezeigt zur Information und Kontrolle durch den Benutzer.

Sichern:

Die aktuelle Messung wird gespeichert. Das erfolgt über die bekannten Windows-Funktionen, bei denen Dateiname und Verzeichnis ausgewählt werden können. Das Dateiformat ist in der nebenstehenden Abbildung zu sehen. Der Header enthält Informationen über den Gerätetyp, die Version der aktuell verwendeten Software, die Anzahl der Messungen pro amu, erste und letzte Masse, Scangeschwindigkeit sowie Datum und Uhrzeit. Die Daten sind im üblichen x-/y-ASCII-Format gespeichert.

Laden :

Mit dieser Taste können Spektren zur Ansicht wieder geladen werden. Alle Vorgänge hierbei sind vollständig menügeführt. Mit den Spektren wird eine Reihe weiterer Systeminformationen abgespeichert.



AUS:

Das Gerät wird heruntergefahren aus dem betriebsbereiten Zustand, die Pumpen werden gestoppt, es erfolgt eine kontrollierte Belüftung des Systems. Das Herunterfahren des Systems erfolgt erst nach Bestätigung der Sicherheitsabfrage (siehe Abbildung rechts).

Kammer Pumpen:

Mit dieser Taste wird die Prüfkammer evakuiert. Dies erfolgt nach erfolgreichem Einsetzen der Probe und Schließen der Kammer. Die Evakuierung benötigt ca. 100 s bis zum Erreichen der notwendigen Drehzahl der Turbomolekularpumpe.

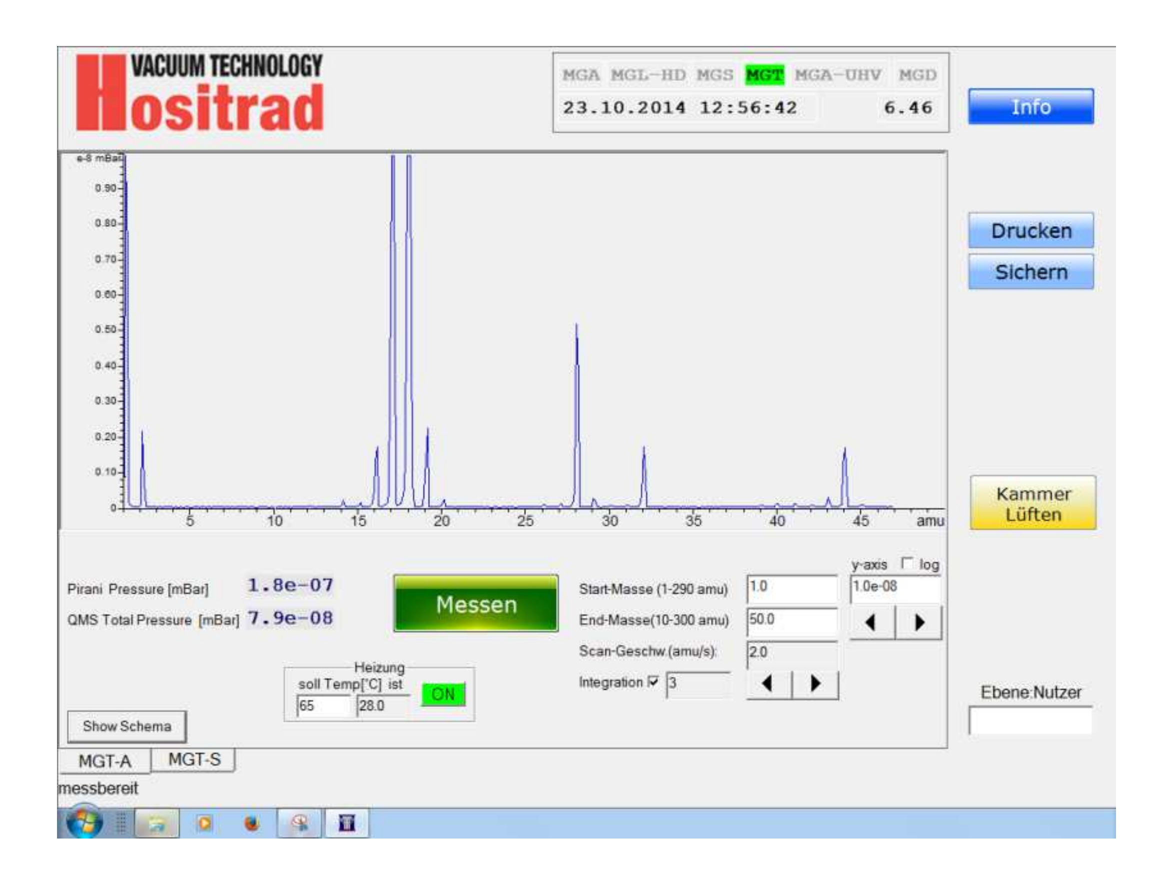
Das Gerät ist nun betriebsbereit. Es wird aber empfohlen, die Messung erst zu starten, wenn der Druck in der Prüfkammer unter $5{\cdot}10^{-6}$ mbar.

Die Ergebnisse sind um so zuverlässiger, je niedriger der Druck in der Prüfkammer ist.

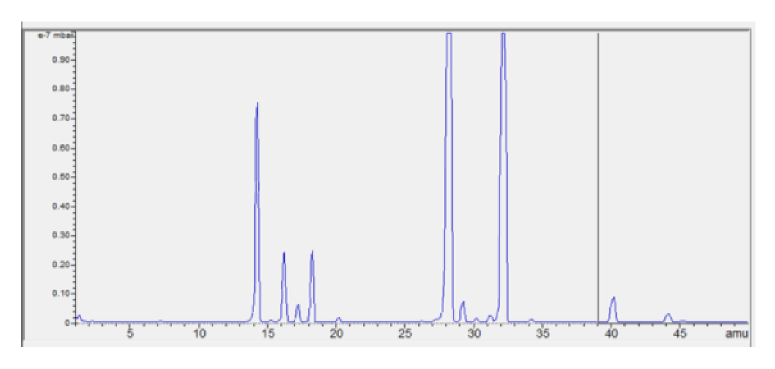
Es wird empfohlen, die Prüfkammer bei Nichtnutzung unter Vakuum zu halten. Dies wird von der Software ermöglicht.

Das Gerät bietet nach erfolgreichem Bepumpen der Prüfkammer die Messmodi MGT-A (Analyse) und MGT-S (Scan) an. Der jeweils gewünschte Messmodus kann durch die Reiter unten links ausgewählt werden. Die Messung wird jeweils mit der Taste messen gestartet.

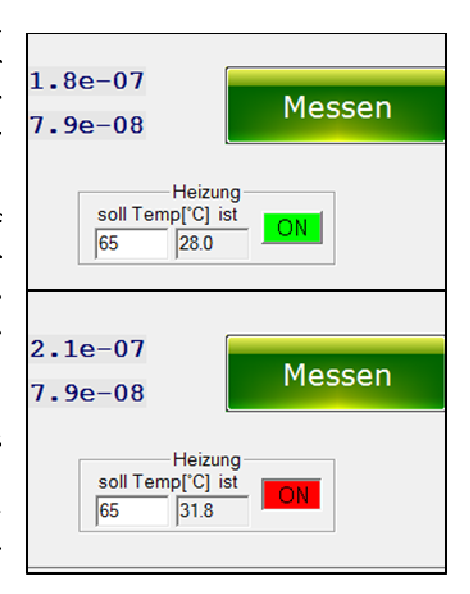
MGT-A:







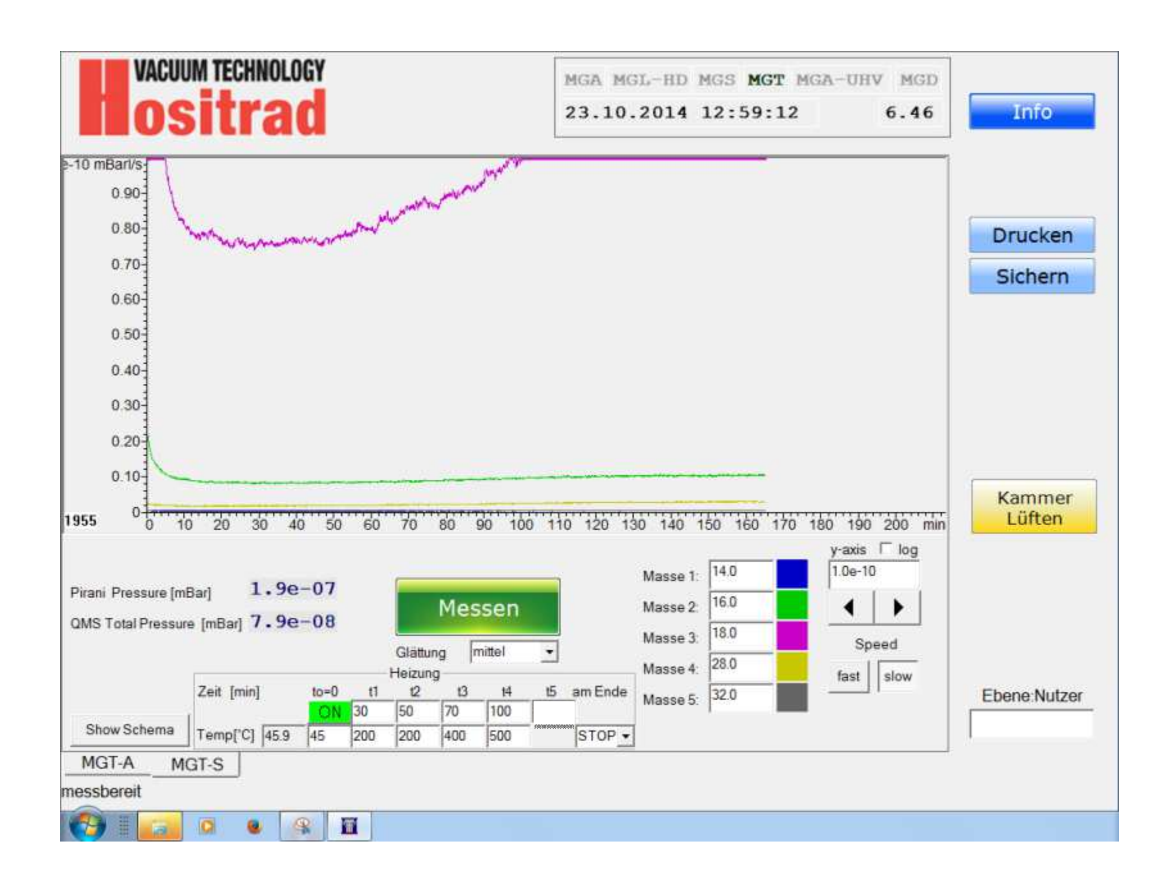
Start- und Stop-Massen können in den entsprechenden Feldern direkt eingetragen werden. Die Empfindlichkeit und damit der Anzeigebereich können durch die Pfeiltasten unterhalb der Anzeige der eingestellten Empfindlichkeit (im obigen Beispiel 1.0×10^{-8}) während der Messung nach Bedarf geändert werden. Die Scangeschwindigkeit (0.01 – 100 u/s) kann vor Beginn der Messung eingestellt werden (im obigen Beispiel 2 u/s). Angegeben wird die Anzahl der pro Sekunde zu durchfahrenden Massen. Vor der Messung kann durch Auswahl des entsprechenden Feldes die Integration aktiviert werden (im obigen Beispiel ist das aktiviert). In diesem Fall werden die Spektren kontinuierlich aufintegriert, die Anzahl der Integrationen wird im entsprechenden Feld angezeigt. Integration empfiehlt sich, wenn eine hohe Genauigkeit gefordert ist. Sollen dagegen Massenveränderungen detektiert werden, sollte auf die Integration verzichtet werden. Ein typisches Massenspektrum ist in der Abbildung dargestellt.



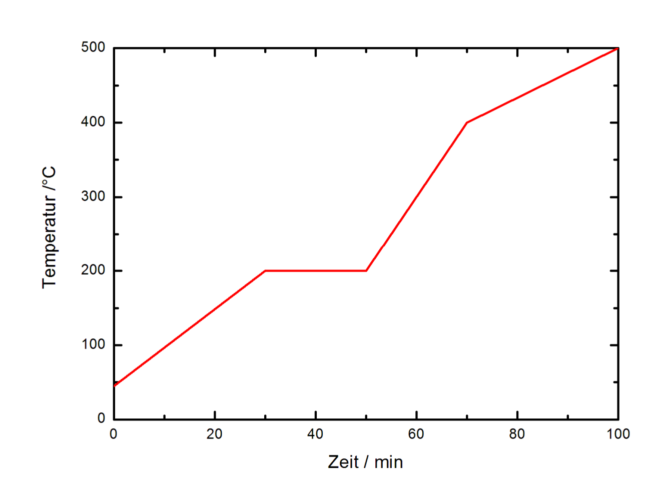
Der Modus MGT-A ist der wichtigste Messmodus. Die Temperaturerhöhung der Probe folgt der des Heizelements mit einer Verzögerung im Bereich von Minuten. Nimmt man während der Temperaturerhöhung MGA-Spektren auf, so erhält man zu jeder Temperatur Informationen über alle desorbierten Gasspezies.

Es ist möglich und bei vielen Anwendungen sinnvoll, die Probe auf verschiedene Temperaturen zu bringen. Die gewünschte Temperatur kann im Feld Heizung als Soll eingegeben werden (siehe nebenstehende Abbildung) (65 °C im Beispiel). Die aktuelle Temperatur der Probe wird jeweils rechts daneben angegeben (28.0 °C bzw. 31.8 °C im Beispiel). Nach Eingabe der gewünschten Temperatur kann man den Heizvorgang starten durch Drücken des Buttons ON (obere Abbildung). Die Temperatur der Probe wird dann auf den eingestellten Wert hochgeregelt. Es ist zu beachten, dass die Wärmekapazität der Probe und des Probenhalters den Temperaturanstieg von max. 20 °C/min. begrenzen. Der Temperaturregler ist ein PID-Regler, der auf Regelgenauigkeit und nicht auch große Temperaturanstiege optimiert ist. Es ist auch zu beachten, dass die Temperatur beim Heizbeginn um bis zu 20% über die Solltemperatur überschwingen kann. Dieser Wert hängt erheblich von der Differenz zwischen Ist- und Solltemperatur ab. Es wird deshalb empfohlen, die Temperaturerhöhung in kleineren Schritten von jeweils 40-50 °C max. durchzuführen. Während der Heizphase wird das Symbol ON dargestellt (untere Abbildung). Ein Druck auf diesen Button stoppt den Heizvorgang. Das Abkühlen der Probe erfolgt langsam, weil es im Vakuum keine Konvektion gibt und der Großteil der Wärmeabgabe über Strahlung erfolgt. Typische Abkühlwerte sind zwischen 20°C und 50 °C pro min..

MGT-S:



In diesem Messmodus können bis zu 5 verschiedene Massen ausgewählt werden und ihr Auftreten als Funktion der Temperatur gemessen werden (im obigen Beispiel sind dies die Massen 14, 16 (CH_4, O), 18 (H_2O), 28 (CO, N_2) und 32 (O_2)). Die Massen werden unten rechts ausgewählt und in ihrer Farbkodierung belegt. Die gewünschten Temperaturen können unten ausgewählt werden. Das Gerät stellt die jeweiligen Temperaturen für die jeweils angegebenen Zeiten ein. Die Temperaturen und die entsprechenden Zeiten werden manuell eingegeben. Es ist sinnvoll die Starttemperatur bei t0 nahe der aktuellen Temperatur zu wählen. Durch Bedienung des Buttons ON wird die Heizung wie beim MGT-A gestartet. Dies ist vor Beginn der MGT-S-Messung zu empfehlen. Die Zeiten t0 bis t5 in der tabellarischen Aufstellung sind jeweils die Zeiten relativ zum Messbeginn. Die oben sichtbaren Einstellungen bedeuten einen Temperaturverlauf, wie er in der nebenstehenden Grafik dargestellt wird.



Dieser Messmodus ist nur selten notwendig. Wählt man eine hohe Heizrate, so folgt die Ist-Temperatur bei den meisten Proben der Solltemperatur so langsam, dass die Messungen nicht sinnvoll sind.



Kammer Lüften:

Mit dieser Taste wird die Prüfkammer nach erfolgter Messung geflutet. Dies erfolgt völlig automatisch und benötigt ca. 20 s.

Öffnen Sie die Prüfkammer nur nach erfolgter Flutung und wenden Sie keine Gewalt an.

3.2 Einsetzen und Wechseln der Probe in der Prüfkammer

Das Wechseln bzw. Einsetzen von Proben muss mit großer Vorsicht erfolgen. Beschädigungen am Heizsystem können gravierende Folgen haben.

Bitte gehen Sie unbedingt in der nachfolgend beschriebenen Reihenfolge vor:

(1) Reinigen Sie die neue Probe gründlich mit Aceton, Ethanol oder Isopropanol. Die Proben müssen fettfrei und frei von Partikeln sein. Setzen Sie nur festen Proben ein, keine Pulver.

(2) Benutzen Sie zum Einsetzen der Proben Handschuhe, um die Vakuumkomponenten in der Prüfkammer sauber zu halten.

(3) Belüften Sie die Prüfkammer mit dem Button „Kammer Lüften“ (siehe 3.1.3). Die Belüftung benötigt ca. 20 s. Warten Sie bis die Turbopumpe der Prüfkammer zum Stillstand gekommen ist, das ist zu erkennen an der Drehzahl der TPU-TP.

(4) Öffnen Sie die Prüfkammer durch Öffnen der Verriegelung am roten Hebel.



(5) Ziehen Sie den Probeschlitten langsam und möglichst verwindungsfrei heraus bis zum Anschlag.





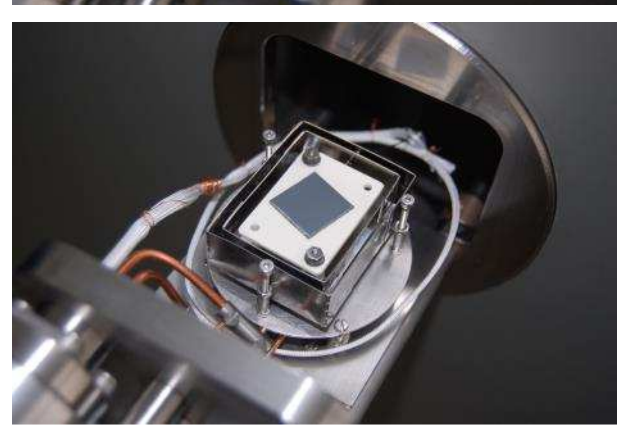
(6) **Sie blicken auf den Probenhalter, der die Probe durch einen Federmechanismus nach unten fixiert und auf die Heizplatte drückt. Drücken Sie die Platte vorsichtig nach unten und drehen Sie sie dabei um ca. 5° im Uhrzeigersinn, bis die Löcher der Schlitze unter den Schraubenköpfen liegen. Die Platte lässt sich dann leicht herausnehmen. Lagern Sie die Platte auf einer sauberen Unterlage.**



(7) **Sie blicken auf die Heizplatte. Achten Sie beim Einsetzen der Probe darauf, keine der Leitungen oder Abschirmungen zu berühren. Achten Sie bitte auf äußerste Reinheit und verwenden Sie geeignete Pinzetten.**



(8) **Legen Sie die Probe ein. Achten Sie darauf, dass die Probe mittig liegt und dass sie weder die Muttern der Haltestangen noch die äußeren Abschirmrahmen berührt.**



(9) **Legen Sie die den Probenhalter vorsichtig so auf, dass die Löcher im Probenhalter über den Schraubenköpfen liegen. Drücken Sie den Probenhalten vorsichtig nach unten und drehen Sie ihn um ca. 5° gegen den Uhrzeigersinn.**







(10) Nach erfolgreicher Montage sitzt der Probenhalter in der angezeigten Position unter den drei Schraubenköpfen.

ACHTUNG: Die Probe sollte, wenn möglich, vollständig unter dem Probenhalter liegen.



(11) Schieben Sie den Probeschlitten langsam und möglichst verwindungsfrei heraus bis zum Anschlag nach vorn. Verriegeln Sie den Schlitten mit dem roten Hebel.

(12) Evakuieren Sie die Prüfkammer mit dem Button „Kammer Pumpen“ (siehe 3.1.3). Die Evakuierung benötigt ca. 100 s. Starten Sie die Messung idealerweise erst bei Drücken in der Prüfkammer unter $5 \cdot 10^{-6}$ mbar.

ACHTUNG: Betreiben Sie den MGT niemals mit aufgesetztem Probenhalter ohne Probe!

Wir bieten verschiedene Größen Öffnungen der Probenhalter je nach Größe der Proben an. Das sorgt dafür, dass Proben verschiedener Größen jeweils gut gehalten werden können. Idealerweise ersetzt man auch den Skimmer, der den Vakuumbereich zum Massensprektrometer begrenzt. Dazu beraten wir Sie gern.



4 Inbetriebnahme

4.1 *Vorabprüfung*

Vor dem Einschalten ist ein Sichtcheck des Messgeräts durchzuführen. Die einzelnen Checkpunkte sind zwingend einzuhalten, um eine sichere und einwandfreie Funktion der Anlage zu gewährleisten und Schäden zu vermeiden.

- Keine sichtbaren Schäden am Messgerät
- Keine sichtbaren Schäden an Prüfaufbau
- Die Vakuumverbindungen sind vorhanden

4.2 *Einschalten des Messgeräts*

1. Hauptschalter am Messgerät einschalten. Dieser befindet sich auf der Gerätevorderseite.
2. Starten des Messgeräts über den Button **AN** (siehe 3.1.2).
3. Überwachung des Startvorgangs mittels der Startup-Anzeige (siehe 3.1.2).

4.3 *Ausschalten des Messgeräts*

1. Stoppen des Messgeräts über den Button **AUS** (siehe 3.1.2).
   Der gesamte Vorgang bis zum Erreichen des Standby dauert rd. 20 sec.
2. Überwachung des Stopvorgangs mittels der Anzeige. Das Gerät zeigt während dieses Vorgangs die Restlaufzeit unten links, die jeweils aktuellen Ventilstellungen sowie die Drehzahl der Turbopumpe kontinuierlich an.
3. Herunterfahren des Geräts durch die Taste **Runterfahren**, die im Standby-Modus zur Verfügung steht.
4. Hauptschalter ausschalten am Gerät.



5. Anhang

5.1 Wartung

Alle Komponenten des MGT sind wartungsfrei mit Ausnahme der Drehschieber-Vorpumpe.

Die Abbildung zeigt einen Blick auf die linke Seite des Gehäuses. Dort ist unten rechts eine Fräsung zu erkennen, die den Blick auf den Füllstandsanzeiger der Drehschieberpumpe ermöglicht.



Bitte achten Sie darauf, dass der Füllstand des Betrieböls immer zwischen den beiden Markierungen befindlich ist.

Zum Nachfüllen oder Wechselns des Öls muss die linke Gehäusewand des Geräts entfernt werden (TX25).

ACHTUNG: Fahren Sie das Gerät herunter, schalten es aus und entfernen Sie den Netzstecker vor dem Öffnen des Gehäuses!



5.2 Technische Daten

Abmessungen	600 mm × 600 mm × 580 mm (Breite × Tiefe × Höhe)
Gewicht	35 kg
Betriebstemperatur	10 °C bis 35 °C
Versorgung	230 V, 50 Hz, 2.000 W max.
E/A-Schnittstellen	USB
Leistungsaufnahme	
Startphase	400 W
Standby	150 W
Messbetrieb	max. 2.000 W
Betriebsbereit	250 W
Startup-Zeit:	
Schnell-Messung	150 sec
Standard-Messung	60 min
Vorpumpe	Zweistufige Drehschieberpumpe
Massenspektrometer	Turbomolekularpumpe, 60 l/s
Prüfkammer	Turbomolekularpumpe, 60 l/s
Saugvermögen	10 l/s in der Prüfkammer
Benutzeroberfläche	Grafische Oberfläche
Prüfmethode	Quadrupole-Massenspektrometer
Nachweisbare Gase	Alle Gase mit Massen zwischen 1 und 100 (300) amu
Kleinster nachweisbarer Partialdruck	10^{-10} mbar
Max. Heiztemperatur	1.500 °C
Max. Temperaturrampe	10 °C/s
Probenabmessungen	
Fläche	5×5 mm^2 bis 25×25 mm^2
Dicke	0,5 mm bis 3 mm



5.3 Massen-Tabelle

In der anhängenden Tabelle sind die meisten der bekannten und üblichen Atome und Moleküle aufgeführt. Dies soll zur Erleichterung der Interpretation dienen. Als Base Peak wird der jeweilige Hauptanteil des Elements bezeichnet, also zum Beispiel der Hauptpeak des CO bei Masse 28 u. Neben diesem Peak zeigt CO einen zweiten bei 12 u, der elementarem C zugeordnet ist, als Folge der Dissoziation durch die Ionisation mit einem zum Hauptpeak relativen Anteil von 5%. Darüber hinaus finden sich noch 2% Anteil aus elementarem O bei 16 u sowie 1% Anteil bei 14 u als Folge doppelt ionisierter CO-Moleküle. Weiter führende Details finden sich zum Beispiel hier [1,2].

Molekül / Atom		Base peak		Minor peak 1		Minor peak 2		Minor peak 3		Relative Sensitivity
		mass	contr.	mass	contr.	mass	contr.	mass	contr.	
H_2	Wasserstoff	2	100	1	2					0.44
He	Helium	4	100							0.14
CH_4	Methan	16	100	15	85	14	16	13	8	1.6
NH_3	Ammoniak	17	100	16	80	15	8	14	2	1.3
H_2O	Wasser	18	100	17	21	16	2			1.0
Ne	Neon	20	100	22	9,4	21	0,3			0,22
C_2H_2	Acetylen	26	100	25	20	24	6	13	6	1.0
CO	Kohlenstoff-monoxid	28	100	12	5	16	2	14	1	1.05
N_2	Stickstoff	28	100	14	5	29	1			1.0
C_2H_4	Ethylen	28	100	27	63	26	61	25	11	1.0
C_2H_6	Ethan	28	100	27	33	30	26	26	23	2.6
	Luft	28	100	32	27	14	6	16	3	1.0
SiH_4	Silan	30	100	31	78	29	29	28	27	1.0
CH_3OH	Methanol	31	100	32	67	29	65	28	6	1.8
C_2H_5OH	Ethanol	31	100	45	39	27	24	29	24	3.6



O_2	Sauerstoff	32	100	16	9					1.0
H_2S	Wasserstoff-sulfid	34	100	32	44	33	42	1	5	2.2
HCl	Wasserstoff-chlorid	36	100	38	32	35	17	37	5	1.6
Ar	Argon	40	100	20	16	36	1	38	1	1.2
C_3H_5OH	Azeton	43	100	58	33	15	20	42	6	3.6
CO_2	Kohlenstoff-dioxid	44	100	16	9	28	8	12	7	1.4
C_3H_7OH	Isopropyl-alkohol	45	100	43	17	27	16	29	10	1.0
	Vorpumpen-öl	57	100	55	73	43	73	41	33	1.0
SO_2	Schwefel-dioxid	64	100	48	50	32	10	16	5	2.1
C_6H_6	Benzol	78	100	77	19	52	16	51	15	5.9
Kr	Krypton	84	100	86	31	82	21	83	21	1.7
Xe	Xenon	132	100	129	98	131	79	134	39	3.0



5.4 Literatur

[1] R. Rejoub, B. G. Lindsay, R.F. Stebbings, Physical Review A **65** (2002) 042713, DOI 10.1103/PhysRevA.65.042713

[2] S. Dahle, W. Maus-Friedrichs, Journal of Mass Spectrometry **47** (2012) 1486-1487, DOI 10.1002/jms.3082

